

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international(43) Date de la publication internationale  
18 septembre 2003 (18.09.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 03/076356 A1**(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :  
**C04B 11/028**, F27D 3/08, F27B 17/00, B01F 3/06, 15/06Zone du Pôle Technologique Agro Parc, F-84915 Avignon  
Cédex (FR).(21) Numéro de la demande internationale :  
**PCT/FR03/00692**

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (*pour US seulement*) : **FALINOWER, Charles [FR/FR]**; 912, route de Caromb,  
F-84200 Carpentras (FR).

(22) Date de dépôt international : 4 mars 2003 (04.03.2003)

(74) Mandataires : **POCHART, François etc.**; Cabinet Hirsch-Pochart, 34, rue de Bassano, 75008 Paris (FR).

(25) Langue de dépôt : français

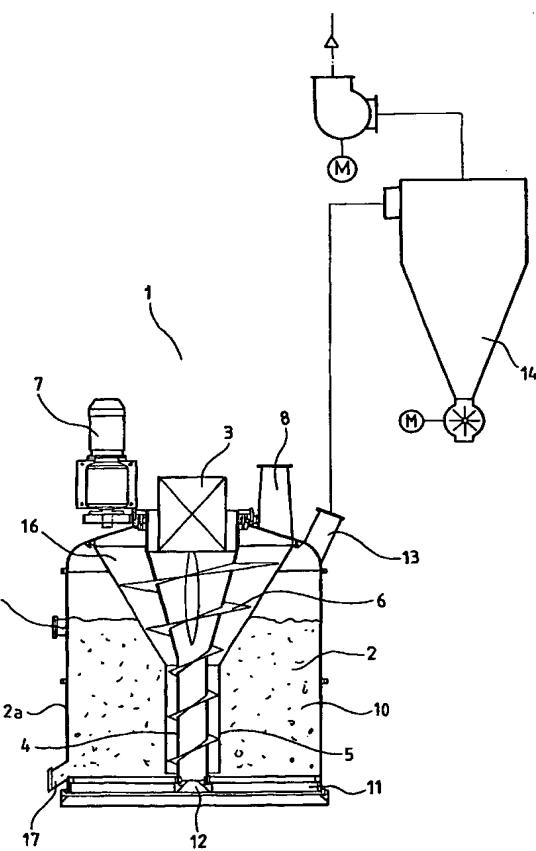
(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
02/02955 8 mars 2002 (08.03.2002) FR(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) : **LA-FARGE PLATRES [FR/FR]**; 500, rue Marcel Demonge,*[Suite sur la page suivante]*

(54) Title: DEVICE FOR DRYING AND/OR FIRING GYPSUM

(54) Titre : DISPOSITIF DE SÉCHAGE ET/OU CUISSON DE GYPSE



**(57) Abstract:** The invention relates to a dryer/kiln for gypsum (1), comprising a drying volume (2), a first duct (4), with an inlet connected to a source of hot gas (3) and an outlet opening into the drying volume (2), a second duct (5), with an inlet connected to a source of gypsum (8) and an outlet opening into the firing volume. The second duct is concentric to the first duct with a feed screw (6) arranged at least partially within the second duct, said screw feeding the gypsum to the firing volume. The invention further relates to a method for the firing of gypsum and the plaster obtained thus.

**(57) Abrégé :** L'invention concerne un sécher/cuisseur de gypse (1) comprenant un espace de cuisson (2), un premier conduit (4) présentant une entrée raccordée à une source de gaz chauds (3), et une sortie débouchant dans l'espace de cuisson (2), un deuxième conduit (5) présentant une entrée raccordée à une source de gypse (8) et une sortie débouchant dans l'espace de cuisson, le deuxième conduit étant concentrique avec le premier conduit, une vis de gavage (6) disposée au moins partiellement dans le deuxième conduit, ladite vis entraînant le gypse dans l'espace de cuisson. L'invention concerne également un procédé de cuisson de gypse et le plâtre susceptible d'être obtenu par ce procédé.

WO 03/076356 A1



SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,  
VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **États désignés (régional)** : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet  
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet  
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,  
TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Déclaration en vertu de la règle 4.17 :**

- relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv)) pour US  
seulement

**Publiée :**

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

5

DISPOSITIF DE SECHAGE ET/OU CUISSON DE GYPSE

La présente invention concerne un dispositif de cuisson, et en particulier un dispositif de cuisson de sulfate de calcium dihydrate (gypse) en sulfate de calcium semi-hydrate (plâtre).

Le document FR-A-2 493 826 décrit un procédé de cuisson de gypse dans lequel un lit de gypse est chauffé par introduction directe de gaz chaud et maintenu à une température appropriée à la production de sulfate de calcium semi-hydrate, de l'eau étant pulvérisée dans les gaz chauds avant que ceux-ci n'entrent en contact avec le gypse.

Le document EP-A-230 793 décrit un procédé et un dispositif de cuisson de sulfate de calcium dihydrate. Dans ce document, on introduit directement des gaz de combustion par l'intermédiaire d'un premier tube s'étendant vers le bas dans un lit de matière à cuire. Les gaz très chauds de combustion sont refroidis avant d'entrer en contact avec la matière à cuire du lit. Pour cela, des gaz moins chauds de recyclage, du gypse ou les deux sont introduits dans un deuxième tube entourant partiellement le premier tube absorbant ainsi une partie de la chaleur des gaz chauds par conduction à travers la paroi du premier tube. Le gypse rentre en contact avec la matière du lit avant de rentrer en contact avec les gaz chauds.

Ce dispositif présente des inconvénients. Le gypse introduit entre les deux tubes a tendance à se bâti sur les tubes et se colmater bloquant ainsi le dispositif de cuisson. Ce problème est particulièrement sensible

lorsque le matériau à cuire est du gypse synthétique par exemple du désulfogypse.

Le dispositif de cuisson décrit dans le document EP-A-0 284 464 comprend un premier tube d'introduction d'air chaud dans la matière à cuire d'un lit. Ce premier tube est entouré d'un deuxième tube. De la matière fraîche à cuire passe par l'espace intermédiaire entre le premier et le deuxième tube. Des chicanes sont placées entre le premier et le deuxième tube sur le passage de la matière fraîche.

Ce dispositif présente des inconvénients. Ce dispositif impose le séchage préalable du gypse avant son introduction dans le dispositif de cuisson, afin d'éviter un colmatage. En outre, ce dispositif nécessite du gypse naturel concassé qu'il faut broyer à la sortie du four; ce dispositif n'est donc pas approprié pour du désulfogypse, et plus généralement des gypses de synthèse.

Ces dispositifs ont également des inconvénients communs. La déshydratation du gypse est insuffisante et non homogène. Le rendement thermique de ces dispositifs est en outre réduit. La surpression à l'intérieur de ces dispositifs nécessite en outre des mesures de sécurité et des matériels complémentaires tels que des surpresseurs avec des coûts d'installation et d'entretien élevés. De façon générale les temps de cuisson du gypse dans ces installations sont importants d'où des débits faibles en regard de leur taille et une réactivité faible du semi hydrate obtenu.

L'invention a ainsi pour objet d'apporter une solution à un ou plusieurs de ces inconvénients.

L'invention concerne ainsi un sécheur/cuiseur de gypse comprenant :

- un espace de cuisson;
- un premier conduit présentant une entrée raccordée à une source de gaz chauds, et une sortie débouchant dans l'espace de cuisson;

- un deuxième conduit présentant une entrée raccordée à une source de gypse et une sortie débouchant dans l'espace de cuisson, le deuxième conduit étant concentrique avec le premier conduit;
- une vis de gavage disposée au moins partiellement dans le deuxième conduit, ladite vis entraînant le gypse dans l'espace de cuisson.

10

Selon un mode de réalisation, le deuxième conduit entoure le premier conduit sur une partie de sa longueur.

Selon un mode de réalisation, le deuxième conduit entoure le premier conduit sur sensiblement sa longueur.

15

Selon un mode de réalisation, l'espace de cuisson correspond à un récipient entourant au moins en partie les premier et deuxième conduits.

20

Selon un mode de réalisation, l'espace de cuisson est confondu au moins partiellement avec l'intérieur du deuxième conduit.

Selon un mode de réalisation, l'espace de cuisson se répartit entre l'intérieur du deuxième conduit et le récipient.

25

Selon un mode de réalisation, l'espace de cuisson est confondu avec l'intérieur du deuxième conduit.

Selon un mode de réalisation, le premier conduit est monté à rotation par rapport au deuxième conduit et entraîne la vis de gavage dont il est solidaire.

30

Selon un mode de réalisation, le pas de la vis varie selon la longueur de la vis.

Selon un mode de réalisation, la vis présente un agitateur disposé à l'extrémité de la vis.

35

Selon un mode de réalisation, la vis de gavage est guidée en rotation par au moins deux bras de centrage solidaires de l'agitateur.

Selon un mode de réalisation, l'agitateur est muni d'un déflecteur en vis-à-vis de la sortie du premier conduit.

Selon un mode de réalisation, l'agitateur présente un axe disposé à son extrémité.

Selon un mode de réalisation, l'agitateur est guidé en rotation par des paliers solidaires du récipient.

5 Selon un mode de réalisation, les conduits sont verticaux.

Selon un mode de réalisation, l'entrée du deuxième conduit présente une forme conique correspondant au moins partiellement à la vis de gavage.

10 Selon un mode de réalisation, le deuxième conduit est de forme et texture appropriées pour un broyage.

Selon un mode de réalisation, la vis de gavage est de forme et texture appropriées pour un broyage.

15 L'invention a encore pour objet un procédé de cuisson de gypse, comprenant les étapes de :

- (i) fourniture de gaz chauds à l'entrée d'un premier conduit;
- (ii) fourniture de gypse à l'entrée d'un deuxième conduit concentrique avec le premier conduit;
- 20 (iii) entraînement du gypse dans le deuxième conduit par une vis de gavage;
- (iv) échange thermique indirect entre le gypse et les gaz chauds; et
- 25 (v) cuisson du gypse en plâtre.

Selon un mode de réalisation, le gypse est du désulfogypse et/ou du gypse naturel.

30 Selon un mode de réalisation, les étapes (iii) d'entraînement du gypse et (iv) d'échange thermique indirect comprennent le séchage du gypse.

Selon un mode de réalisation, les étapes (iii) d'entraînement du gypse et (iv) d'échange thermique 35 indirect comprennent le séchage et au moins partiellement la cuisson (v) du gypse en plâtre.

Selon un mode de réalisation, la cuisson (v) comprend la mise en contact du gypse avec les gaz chauds, la cuisson étant du type flash.

5 Selon un mode de réalisation, la durée entre la mise en contact du gypse et sa cuisson totale est inférieure à 10 sec.

Selon un mode de réalisation, la cuisson (v) comprend la mise en contact du gypse avec les gaz chauds, la cuisson étant mise en œuvre dans un lit fluidisé.

10 Selon un mode de réalisation, l'étape de cuisson comprend un transport du gypse depuis la sortie du deuxième conduit par entraînement par des gaz chauds.

Selon un mode de réalisation, le temps de séjour du gypse et/ou plâtre dans le deuxième conduit est compris 15 entre 30 secondes et 5 minutes.

Selon un mode de réalisation, l'étape d'échange thermique indirect entre le gypse et les gaz chauds comprend l'étape de cuisson.

20 Selon un mode de réalisation, les étapes (iii) d'entraînement du gypse et (iv) d'échange thermique indirect comprennent le séchage et au moins partiellement la cuisson (v) du gypse en plâtre, la cuisson (v) étant complétée par la mise en contact du gypse avec les gaz chauds, la cuisson complétée étant du type flash, la 25 durée des étapes (iii) et (iv) étant comprise entre 30 secondes et 5 minutes, la durée de la cuisson par contact avec les gaz chauds étant comprise entre 1 et 10 secondes.

Selon un autre mode de réalisation, la durée des 30 étapes (iii) et (iv) étant comprise entre 1 et 2 minutes, la durée de la cuisson par contact avec les gaz chauds étant comprise entre 2 et 5 secondes.

Selon un mode de réalisation, le procédé selon 35 l'invention comprend en outre une étape (iiib) de broyage du gypse pendant l'étape d'entraînement (iii).

Selon un mode de réalisation, le procédé est mis en œuvre dans le sécheur/cuiseur selon l'invention.

L'invention a encore pour objet le plâtre susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention. Ce plâtre présente en outre des caractéristiques spécifiques qui seront décrites ci-après.

5

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description qui suit des modes de réalisation de l'invention donnés à titre 10 d'exemple et en référence aux dessins qui montrent :

- la figure 1: une vue en coupe transversale d'une installation de séchage et de cuisson selon un premier mode de réalisation de l'invention ;
- la figure 2: une représentation schématique d'un 15 exemple d'une vis utilisable dans l'installation de la figure 1.

L'invention propose de disposer une vis de gavage dans un conduit d'alimentation en gypse. Ce conduit est 20 concentrique avec un autre conduit servant de chambre de combustion du brûleur et de conduit d'aménée de gaz chauds. Le conduit de gaz chaud peut donc être le conduit interne ou le conduit extérieur; la description qui suit est donnée pour le cas où le conduit de gaz chaud est le 25 conduit interne mais l'invention s'applique mutatis mutandis au cas où le conduit de gaz chaud est le conduit extérieur.

Les gaz de combustion chauffent le gypse du conduit extérieur pour le sécher et éventuellement le déshydrater 30 (i.e. le cuire) partiellement ou totalement.

Les gaz de combustion entrent ensuite en contact avec la matière pour effectuer totalement ou partiellement la cuisson.

35 La figure 1 représente une vue en coupe transversale d'un sécheur/cuiseur 1 selon un premier mode de réalisation de l'invention. Ce sécheur/cuiseur présente

un récipient 2a prévu pour contenir du sulfate de calcium dihydrate à cuire (ou à continuer de cuire).

Un brûleur 3 est disposé dans la partie supérieure du réacteur, la sortie du brûleur 3 étant placée dans un premier conduit 4 de transfert de gaz chauds. Le premier conduit 4 débouche approximativement au fond du récipient 2a. Un deuxième conduit 5 entoure le premier conduit 4. Une vis de gavage 6 est disposée entre les deux conduits 4 et 5. Cette vis 6 est entraînée en rotation par un moteur 7 en utilisant une transmission adéquate. La forme et les dimensions de cette vis sont ajustées et calculées précisément pour assurer un bon écoulement du gypse et un rendement thermique élevé. Une arrivée de sulfate de calcium dihydrate 8 débouche dans l'espace entre les conduits 4 et 5. Le sécheur/cuiseur est ainsi alimenté par une source de sulfate de calcium dihydrate. Des dispositifs adéquats sont positionnés pour assurer l'étanchéité du récipient avec l'extérieur.

On peut utiliser des brûleurs adéquats, par exemple à flamme plus ou moins longue, tels que décrits dans l'état de la technique. Le brûleur génère des gaz chauds utilisés à la fois pour sécher le gypse (évaporation de l'humidité ou eau libre contenue dans le gypse) et pour transformer le sulfate de calcium dihydrate du gypse séché en sulfate de calcium semi-hydrate ou plâtre, c'est-à-dire pour le cuire.

Les gaz chauds traversent un conduit 4, disposé de préférence verticalement dans le réacteur. Le conduit 4 s'étend du brûleur jusqu'à sensiblement au bas du récipient. Les gaz chauds traversant le conduit sont ainsi introduits approximativement au niveau du fond du récipient 2a. On peut bien sûr introduire les gaz chauds à tout endroit approprié du réacteur pour cuire le sulfate de calcium dihydrate. On peut également prévoir d'utiliser un conduit incliné par rapport à la verticale du sécheur/cuiseur.

Le conduit extérieur 5 entoure le conduit intérieur 4, ces conduits étant disposés de préférence verticalement dans le récipient. Ce conduit extérieur 5, ainsi que la vis de gavage 6, permettent de guider le 5 gypse depuis l'arrivée 8 jusque dans le récipient.

Le gypse traversant le conduit 5 absorbe de la chaleur des gaz traversant le conduit 4. Les échanges thermiques entre le gaz du conduit intérieur 4 et le gypse du conduit extérieur 5 permettent d'assurer 10 l'évaporation de l'humidité libre du gypse avant qu'il n'entre en contact direct avec les gaz de combustion. La disposition concentrique du conduit extérieur 5 et du conduit intérieur 4 permet d'effectuer un échange de chaleur efficace entre le gypse et les gaz chauds. Des 15 phénomènes de convection, rayonnement et surtout de conduction permettent cet échange de chaleur. La vis de gavage assure ce rôle en partie par le fait que de préférence elle est soudée sur le conduit 4 formant ainsi son axe et aussi par le dimensionnement des pales 20 assurant une surface de contact importante avec le gypse.

L'humidité est évacuée par l'intermédiaire du conduit d'évacuation 13, disposé de préférence dans la partie supérieure du récipient, un espace étant aménagé à cet effet entre la partie supérieure du conduit 5 à la base 25 de l'arrivée 8 et le conduit d'évacuation 13. Il est aussi possible de prévoir une conduite 13a (non représentée) située au niveau de cet espace aménagé, cette conduite 13a pouvant au besoin évacuer tout ou partie de la vapeur d'eau ou au contraire servir pour une 30 injection supplémentaire de vapeur d'eau (ou de tout autre gaz si besoin est).

Ces échanges thermiques permettent non seulement de sécher le gypse mais éventuellement de commencer la réaction de conversion du dihydrate de calcium en semi-hydrate. Ainsi, le sécheur/cuiseur présente un espace de cuisson 2 de gypse qui est susceptible de débuter à l'intérieur même du conduit extérieur 5, pour s'étendre 35

ensuite dans le récipient 2a et éventuellement dans les canalisations en sortie du réacteur.

La vis de gavage 6 est disposée entre les conduits 4 et 5. Cette vis est entraînée en rotation par le moteur 7, de préférence par l'intermédiaire du conduit 4 dont elle est solidaire. La vis permet d'alimenter le gypse dans le conduit extérieur 5. Cette vis s'étend d'une entrée de guidage de gypse 16 de la conduite extérieure 5 présentant une forme conique, dont la vis peut épouser la forme. La vis permet également d'éviter le colmatage du conduit 5 par le gypse, soit par effet d'entraînement, soit par raclage des pales de la vis à l'intérieur du conduit extérieur 5. La vis homogénéise également la matière fraîche par brassage de celle-ci. La différence de température entre la matière fraîche à proximité du conduit intérieur 4 et la matière fraîche à proximité du conduit extérieur 5 est ainsi réduite, ce qui améliore encore l'évaporation de l'humidité libre. Cela est avantageux lorsque la matière comprend du désulfogypse, ce produit présentant un taux d'humidité libre particulièrement important. La vitesse de rotation de la vis est réglée en fonction du débit choisi. La vapeur d'eau produite est évacuée par le haut du système. Le sécheur/cuiseur selon l'invention évite le colmatage de gypse en particulier du désulfogypse humide au cours des manutentions. Il est par ailleurs de préférence prévu un jeu entre la vis 6 et le conduit 5.

Au niveau de l'extrémité du conduit intérieur 4, les gaz de combustion rentrent en contact avec la matière. Du fait des échanges thermiques déjà mentionnés, la température des gaz de combustion est réduite lorsqu'ils atteignent l'extrémité du conduit 4 et rentrent en contact avec la matière. On peut ainsi cuire (ou terminer la cuisson) la matière sortant du conduit extérieur 5 avec une température de gaz adéquate, par exemple comprise entre 300 et 600° C. On évite ainsi la formation

10

de dérivés non souhaités, tels que l'anhydrite II, lors de la cuisson.

Les dimensions caractéristiques du cuiseur selon 5 l'invention sont par exemple (pour une capacité de 5t/h) :

- Hauteur du réacteur : 2500 mm
- Diamètre du réacteur : 2100 mm
- Diamètre de la base inférieure du tube extérieur : 700 mm
- 10 - Diamètre de la base supérieure de tube extérieur : 1710 mm
- Diamètre du tube intérieur : 500 mm

Ces dimensions sont aussi compatibles avec un transport en container maritime, ce qui facilite le 15 transport de l'unité, notamment sur de longues distances.

Selon une variante de sécheur/cuiseur, on peut prévoir que le conduit 5 entoure le conduit 4 sur une partie de sa longueur ou sur sa totalité.

20

La vis de gavage présente par exemple une longueur comprise entre 70% et 90% de la hauteur totale du réacteur. La vis présente une ou plusieurs pales s'étendant radialement en hélice. Dans l'exemple de la 25 figure, la vis comprend une unique pale dont la longueur est sensiblement égale à la longueur du conduit intérieur 4. Lorsque le conduit 4 commence à un niveau supérieur (notamment lorsque la partie supérieure du conduit sert de chambre de combustion), la longueur de la vis peut 30 n'être que partiellement celle dudit conduit 4 (par exemple 80%). De préférence la vis 6 a une longueur sensiblement égale à celle du conduit extérieur 5. Cette pale est de préférence réalisée en métal (par ex. inox) ou avec un matériau présentant une bonne conductivité 35 thermique.

Avantageusement, la vis de gavage est solidaire du conduit intérieur 4 des gaz de combustion. On peut par exemple utiliser le conduit 4 comme arbre de transmission

de la vis de gavage 6. La vis de gavage 6 peut également présenter un agitateur/centreur 11. Cet agitateur est par exemple fixé à l'extrémité inférieure du conduit 4 lorsque la vis est solidaire de celui-ci (mais celle-ci 5 pourrait être solidaire du conduit 5, ou indépendante des deux conduits, etc.). Cet agitateur/centreur joue le rôle de centreur de la vis dans le conduit 5.

Dans cette variante, le conduit 4 est alors monté à rotation par rapport au récipient 2a. Cette variante 10 permet ainsi d'obtenir une vis de gavage de fabrication simplifiée. La conduction thermique entre les gaz chauds et le gypse dans le conduit extérieur 5 est également améliorée par la vis.

La figure 2 donne un exemple de réalisation de la vis de gavage 6. Un profilé, par exemple de section cruciforme 15, est présent pour transmettre le couple du conduit 4 à l'agitateur/centreur 11. Celui-ci peut comprendre éventuellement plusieurs pales remuant le cas 20 échéant un lit éventuellement présent ou un dépôt de matière placé au fond du réacteur. L'agitateur permet, en fonction du type de cuisson mis en œuvre dans le sécheur/cuiseur, d'homogénéiser la matière du lit et de répartir la matière provenant du conduit 5 dans le lit, 25 ou d'évacuer d'éventuels dépôts en les renvoyant dans un flux de gaz de combustion. Cet agitateur permet aussi de faciliter la vidange du réacteur en cas de besoin (représentée par 17 sur la figure 1).

On peut encore prévoir que la vis de gavage 6 30 présente deux (ou plus) pales en hélices imbriquées.

On peut encore prévoir que la ou les pales présentent un pas vers la sortie des conduits qui est plus réduit que vers l'entrée d'alimentation, comme cela est représenté dans l'exemple de la figure 2. Un pas variable 35 permet d'obtenir aisément un effet de bouchon à l'extrémité de la vis, les gaz chauds ne pouvant donc pas remonter dans la matière à l'intérieur du conduit 5.

12

On peut aussi prévoir une vis conique sur sensiblement sa longueur, auquel cas une variation du pas n'est pas requise. Il est aussi possible d'avoir une vis avec un pas constant, voire même augmentant le cas 5 échéant.

L'agitateur/centreur 11 peut présenter un déflecteur (représenté sur la figure 1) 12 pour améliorer l'aéraulique. Ce déflecteur est placé en vis-à-vis de la sortie du conduit 4 de gaz chauds.

10

Selon une variante, les gaz éventuellement chargés évacués par la sortie 13 sont ensuite recyclés. Ils peuvent ainsi passer dans un séparateur cyclonique ou un filtre 14, qui sépare les poussières des gaz évacués. On 15 peut également prévoir de recycler les gaz évacués par la sortie 9. Les gaz résiduels sont ensuite entraînés vers la chambre de combustion du brûleur augmentant ainsi le rendement thermique du sécheur/cuiseur.

20

En fonction du régime type de cuisson choisi, les particules de semi-hydrate (plâtre) peuvent être collectées en pied du cuiseur (dans le cas d'une vidange par la conduite 17), dans les gaz sortant par le conduit 13, ou par une sortie 9 latérale au niveau de la partie 25 supérieure d'un lit 10 fluidisé éventuellement formé. La cuisson sera décrite plus en détails infra.

On peut distinguer en général trois modes de cuisson; la cuisson étant décrite plus en détails infra.

30

Selon le premier mode de fonctionnement, le gypse est intégralement cuit par contact direct avec les gaz de combustion, seul le séchage ayant lieu au niveau du contact indirect avec les gaz chauds au niveau de l'espace entre les conduits 4 et 5. L'espace de cuisson 2 de gypse s'étend alors de la sortie de l'espace situé 35 entre les conduits 4 et 5 et comprend le récipient 2a (ici confondu avec le réacteur). De préférence en sortie

du conduit 5 s'opère une cuisson dite "flash". On peut aussi opérer une cuisson classique dans un lit, comme dans l'art antérieur cité ci-dessus. En fonction des températures des gaz en sortie, la cuisson peut 5 éventuellement se terminer après la sortie du récipient 2a, notamment dans les conduits jusqu'au filtre, tant que la température est suffisamment élevée. Il peut s'opérer éventuellement ce qui est appelé une post-cuisson. (interaction entre des gaz chauds et humides et la 10 matière en cours de refroidissement). On a aussi constaté de façon générale, que plus le temps de cuisson était court, plus le sulfate de calcium semi-hydrate ou plâtre obtenu était réactif. On a constaté en pratique que la réactivité du semi-hydrate obtenu augmentait avec sa 15 vitesse de cuisson. Il est donc particulièrement avantageux de réaliser la cuisson immédiatement après le séchage sous forme de cuisson flash.

Selon un deuxième mode de fonctionnement, la cuisson 20 est effectuée en partie déjà dans le conduit 5, et la cuisson se poursuit dans le récipient 2a. La zone de cuisson 2 comprend alors une partie de l'espace situé entre les conduits 4 et 5 et le récipient 2a. Comme pour le premier mode de fonctionnement, la cuisson peut 25 éventuellement se terminer après la sortie du récipient 2a et de même une cuisson flash est aussi préférée.

En général, la cuisson s'effectue selon le second mode. La cuisson en sortie du conduit 5 est en général comprise entre 20 et 70%, de préférence 30 à 60%, 30 avantageusement environ 50%.

Ce second mode de fonctionnement est par exemple obtenu avec les temps de transfert suivants de la matière: un cycle de transfert ou de séchage dans le conduit extérieur 5 compris entre 30 secondes et 5 35 minutes, de préférence entre 1 et 2 minutes ; un cycle de cuisson par contact de la matière et des gaz de combustion compris entre 1 et 10 secondes, de préférence entre 2 et 5 secondes.

Ce second mode de fonctionnement est par exemple obtenu en utilisant le cuiseur décrit plus haut, avec une vis tournant à une vitesse comprise entre 2 et 12 tours/minute, un gypse de synthèse d'une granulométrie de 5  $50\mu\text{m}$  tel que du désulfogypse, et une puissance calorifique de 1.5 à 2.0 MW.

Selon un troisième mode de fonctionnement du sécheur/cuiseur, l'espace de cuisson est confondu avec 10 l'espace situé entre les conduits 4 et 5 (i.e. l'intérieur du conduit extérieur 5). On cuit dans ce cas l'intégralité du gypse avant sa sortie du conduit extérieur 5. Dans ce cas, aucun récipient 2a n'est requis et celui-ci peut être omis.

15

La distinction entre les trois modes de fonctionnement s'opère par plusieurs facteurs, liés au dispositif lui-même, aux conditions opératoires (puissance thermique et débit) et aux caractéristiques du 20 gypse.

Quand on traite du gypse synthétique, celui-ci présente une granulométrie très fine (quelques dizaines de microns de diamètre moyen). Il sera en général 25 possible de sécher et de partiellement déshydrater dans l'espace entre les 2 tubes (second mode de fonctionnement). Le taux de déshydratation est variable en fonction du débit de gypse et de la puissance du brûleur. En sortie de conduit, le complément de cuisson 30 se fait de préférence de façon "flash" en quelques secondes (2 à 10 sec. par exemple). La matière est alors entraînée dans le flux des gaz de combustion jusqu'au filtre où elle est récupérée.

Quand on traite un gypse naturel broyé, celui-ci 35 présente une granulométrie relativement fine (jusqu'à quelques centaines de microns de diamètre moyen). Il sera en général possible de sécher au niveau de la vis de gavage, ce type de gypse (naturel) ne présentant pas une

humidité élevée. Le taux de cuisson en sortie de la vis est aussi variable. Dans le cas d'un taux faible, des conditions aérauliques seront choisies (voir infra) de façon à former un lit fluidisé 10, l'évacuation du plâtre 5 se faisant par la sortie supérieure 9. Dans le cas d'un taux élevé, des conditions aérauliques seront choisies (voir infra) de façon à ne former un lit fluidisé 10 que sur une hauteur très faible, l'évacuation du plâtre se faisant par une sortie inférieure qui se confond presque 10 avec la sortie de vidange 17. Dans ce cas il n'y a pas de cuisson flash, le temps de séjour de la matière dans le lit étant supérieur à quelques dizaines de secondes. La position de la sortie dépend du taux de cuisson en sortie de vis.

15

Dans le cas du gypse naturel, il est possible de prévoir un mode de réalisation avantageux. Selon ce mode de réalisation, le dispositif selon l'invention assure une fonction de broyage à partir d'un gypse naturel 20 concassé (ayant un diamètre de particules typiquement de 3 mm). Selon ce mode de réalisation, le deuxième conduit et/ou la vis de gavage est(sont) de forme et texture appropriées pour un broyage. Il est possible en effet de choisir des surfaces abrasives et de régler les jeux 25 entre les pièces de sorte à obtenir des conditions d'attrition, permettant ainsi de broyer le gypse naturel concassé en des particules ayant un diamètre par exemple entre 50 et 500 µm. En général, dans le dispositif, la fonction broyage est assurée après la fonction séchage.

30

Les conditions (aérauliques, thermiques et autres) régnant dans le récipient 2a sont notamment fonction de la dimension particulaire du gypse séché et plus ou moins déshydraté sortant du conduit 5 et de la vitesse des gaz 35 (en fût vide) dans le récipient. Des abaques sont connus pour donner, à une température et un taux d'humidité donnés dans quel régime de transport la matière va se trouver.

Il y a deux cas de figure. Dans le premier cas les particules sont entraînées par les gaz chauds. Il se produit le phénomène de transport des solides par des gaz. Dans ce cas, le plâtre est récupéré après séparation des gaz par exemple dans le séparateur cyclonique 14 (on peut utiliser tout autre type de séparateur couramment utilisé). Dans un tel cas, on peut régler la puissance calorifique du brûleur et le débit des gaz chauds ainsi produits pour que se produise une cuisson flash pendant un temps court. Ce mode de réalisation est préféré, notamment pour obtenir un plâtre qui servira à la fabrication des plaques de plâtre. Dans le second cas les particules sédimentent et forment alors un lit fluidisé. Dans un tel cas, le plâtre peut être évacué dans le récipient 2a à un niveau plus ou moins élevé par la sortie 9 qui peut dans des conditions extrêmes se confondre avec la sortie de vidange 17.

Dans le cas de la cuisson flash, le récipient 2a sert principalement de canalisation de guidage du semi-hydrate obtenu. Le récipient peut alors avoir toute forme appropriée, et pas nécessairement cylindrique comme cela était le cas pour les cuiseurs de l'art antérieur. Dans le cas de la cuisson avec un lit de matière, le récipient 2a remplit sa fonction classique.

Le procédé selon l'invention offre encore plusieurs avantages par rapport à l'art antérieur. C'est un procédé continu et très stable (la qualité du plâtre produit est constante). Les équilibres thermiques et aérauliques sont très rapidement obtenus (typiquement en moins de 15 minutes), ce qui conduit à une simplicité de conduite. Enfin, le dispositif mettant en œuvre le procédé selon l'invention est compact et simple, ce qui offre des coûts d'investissement réduits.

Il est possible d'obtenir dans l'invention (notamment avec un mode de cuisson mettant en œuvre une cuisson flash) un plâtre ayant les propriétés suivantes.

5 Ce plâtre est particulièrement bien adapté à la fabrication de plaques de plâtre, de carreaux de plâtre, de plâtres dits industriels, d'enduits.

10 Le plâtre selon l'invention présente des caractéristiques très spécifiques, par rapport à des plâtres connus dans l'art antérieur. Ces caractéristiques sont les suivantes:

- (i) Le plâtre très réactif, avec une très grande vitesse de prise.  
15 (ii) La demande en eau de ce plâtre est faible.  
(iii) La fluidité du plâtre est excellente.

La vitesse de prise se mesure de diverses façons.

Selon une première variante, le début de prise 20 Gillmore est compris entre 4,5 et 6 min. On applique la norme ASTM C266 pour cette mesure.

Selon une seconde variante, la fin de prise Vicat est comprise entre 10 et 12 min. On applique la norme ASTM C472 pour cette mesure.

25 Selon une troisième variante, qui est préférée, le début de prise couteau est inférieur à 6 minutes, de préférence inférieur à 5 minutes. On applique la norme NF B 12-401 ou ISO DIN 3050 (Anneau de Smidth : diamètre intérieur 60mm, hauteur 50mm) pour la détermination. Dans 30 la mesure où il s'agit d'un plâtre rapide, le processus est modifié en conformité avec les prescriptions pour les plâtres rapides comme suit: Après saupoudrage du plâtre dans l'eau pendant 15 sec., et une attente de 30 sec. pour imbibition de la poudre, on agite pendant 30 sec. 35 avant remplissage de l'anneau de Smidth et on soulève l'anneau à 1min.15sec pour la mesure de la prise couteau.

La demande en eau est liée notamment au taux de gâchage à saturation. Il est supérieur à 140 parties de plâtre pour 100 parties d'eau. On applique la norme NF B 12-401 ou ISO DIN 3050 pour la détermination A titre de comparaison un plâtre classique a un taux de gâchage à saturation de l'ordre de 125 parties de plâtre pour 100 parties d'eau.

La fluidité est excellente (ce qui est aussi lié à la demande en eau). Elle se mesure par l'étalement, pour un taux de gâchage de 0.75, d'au moins 205 mm, de préférence au moins 240 mm. Ces valeurs sont, de façon surprenante, assez élevées, lorsque le plâtre est obtenu par une cuisson flash. En effet, les plâtres de cuisson flash selon l'art antérieur sont caractérisés par une fluidité très moyenne, ce qui nécessite beaucoup d'adjuvants. On applique la norme NF B 12-401 ou ISO DIN 3050 (Anneau de Smidth : diamètre intérieur 60mm, hauteur 50mm). Après saupoudrage du plâtre dans l'eau pendant 15 sec., et une attente de 30 sec. pour imbibition de la poudre, on agite pendant 30 sec. avant remplissage de l'anneau de Smidth et on soulève l'anneau à 1min.15sec pour la mesure de l'étalement.

Le plâtre selon l'invention n'éclate pas dans l'eau. La surface BET (Norme NF X 11-621) du plâtre selon l'invention est en général supérieure à  $8 \text{ m}^2/\text{g}$ . Une telle valeur ne correspond pas aux caractéristiques habituelles d'un plâtre qui n'éclate pas dans l'eau (par exemple un plâtre vieilli présente une surface BET inférieure à  $4\text{m}^2/\text{g}$  généralement et n'éclate pas dans l'eau). Pour la détermination de l'éclatement dans l'eau, on pourra se reporter à la publication "Eclatement des grains de plâtre au contact de l'eau", Jean-Claude Weiler, in Ciments, Bétons, Plâtres, Chaux, No. 774, 5/88. Le pouvoir d'éclatement du plâtre selon l'invention, en reprenant la définition donnée dans cette publication est typiquement inférieur à 5%.

Les caractéristiques du plâtre selon l'invention permettent d'obtenir des propriétés intéressantes.

Le temps de prise faible permet d'éviter l'ajout 5 d'accélérateur de prise, tel que du gypse (qui peut être du gypse résiduel de cuisson ou du gypse cru ajouté). Ainsi, le plâtre selon l'invention est exempt de gypse (typiquement la teneur en gypse est inférieure à 0.4, voire 0.2% en poids).

10 La demande en eau faible (taux de gâchage à saturation et fluidité) permet d'ajouter moins d'eau pour la fabrication de la pâte de plâtre pour une consistance donnée. Ceci est avantageux, puisqu'il est nécessaire, dans une installation de plaques de plâtre, ou de 15 carreaux par exemple de sécher l'excès d'eau de gâchage. On obtient ainsi des gains en investissement et en consommation énergétique. La demande en eau faible permet aussi d'obtenir des produits finaux (plâtres industriels ou plaque de plâtre) qui sont très durs et/ou avec une 20 résistance mécanique élevée.

On a mis en œuvre le procédé selon l'invention et on a obtenu, pour des paramètres entrant dans les intervalles spécifiés, des plâtres dont les caractéristiques sont les suivantes. L'exemple 4 est un 25 plâtre classique.

Ex.	D50	Début Prise Couteau	Etalement (mm)	Eclatement (% à 50 µm)	BET m <sup>2</sup> /g	Taux de gâchage à saturation
1	35µm	4min 15sec	242	0%	9,5	161
2	40µm	5min 15sec	258	0%	10,1	160
3	40µm	5min 15sec	241	1%	10,2	170
4	35µm	10-20min	195	65%	10,8	125

Bien entendu, la présente invention n'est pas limitée aux exemples et modes de réalisation décrits et représentés, mais elle est susceptible de nombreuses variantes accessibles à l'homme de l'art. Ainsi, bien qu'on ait décrit auparavant un conduit 5 d'alimentation en sulfate de calcium dihydrate frais entourant le conduit d'alimentation en gaz chauds 4, on peut également prévoir dans le cadre de l'invention que le conduit 10 d'alimentation en gaz chauds 4 entoure le conduit 5 d'alimentation en sulfate de calcium dihydrate frais. L'invention trouvera aussi à s'appliquer de façon générale à tout produit pulvérulent qui doit être séché et/ou cuit.

**REVENDICATIONS**

1. Sécheur/cuiseur (1) de gypse comprenant :
  - un espace de cuisson (2);
  - un premier conduit (4) présentant une entrée raccordée à une source de gaz chauds (3), et une sortie débouchant dans l'espace de cuisson (2);
  - un deuxième conduit (5) présentant une entrée raccordée à une source de gypse (8) et une sortie débouchant dans l'espace de cuisson, le deuxième conduit étant concentrique avec le premier conduit;
  - une vis de gavage (6) disposée au moins partiellement dans le deuxième conduit, ladite vis entraînant le gypse dans l'espace de cuisson.
2. Le sécheur/cuiseur selon la revendication 1, caractérisé en ce que le deuxième conduit entoure le premier conduit sur une partie de sa longueur.
3. Le sécheur/cuiseur selon la revendication 1, caractérisé en ce que le deuxième conduit entoure le premier conduit sur sensiblement sa longueur.
4. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'espace de cuisson (2) correspond à un récipient (2a) entourant au moins en partie les premier (4) et deuxième (5) conduits.
5. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'espace de cuisson (2) est confondu au moins partiellement avec l'intérieur du deuxième conduit (5).

23

6. Le sécheur/cuiseur selon les revendications 4 et 5, caractérisé en ce que l'espace de cuisson se répartit entre l'intérieur du deuxième conduit (5) et le récipient (2a).  
5
7. Le sécheur/cuiseur selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'espace de cuisson est confondu avec l'intérieur du deuxième conduit (5).  
10
8. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le premier conduit (4) est monté à rotation par rapport au deuxième conduit (5) et entraîne la vis de gavage (6) dont il est solidaire.  
15
9. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le pas de la vis varie selon la longueur de la vis.  
20
10. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la vis présente un agitateur (11) disposé à l'extrémité de la vis.  
25
11. Le sécheur/cuiseur selon la revendication 10, caractérisé en ce que la vis de gavage est guidée en rotation par au moins deux bras de centrage solidaires de l'agitateur 11.  
30
12. Le sécheur/cuiseur selon la revendication 10 ou 11, caractérisé en ce que l'agitateur 11 est muni d'un déflecteur (12) en vis-à-vis de la sortie du premier conduit (4).  
35
13. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications 10 à 12, caractérisé en ce que l'agitateur 11 présente un axe disposé à son extrémité.

24

14. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que l'agitateur 11 est guidé en rotation par des paliers solidaires du récipient (2a).

5

15. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les conduits (4, 5) sont verticaux.

10

16. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'entrée du deuxième conduit présente une forme conique correspondant au moins partiellement à la vis de gavage.

15

17. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le deuxième conduit (5) est de forme et texture appropriées pour un broyage.

20

18. Le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la vis de gavage (6) est de forme et texture appropriées pour un broyage.

25

19. Procédé de cuisson de gypse, comprenant les étapes de :

- (i) fourniture de gaz chauds à l'entrée d'un premier conduit;
- (ii) fourniture de gypse à l'entrée d'un deuxième conduit concentrique avec le premier conduit;
- (iii) entraînement du gypse dans le deuxième conduit par une vis de gavage;
- (iv) échange thermique indirect entre le gypse et les gaz chauds; et
- (v) cuisson du gypse en plâtre.

20. Le procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que le gypse est du désulfogypse et/ou du gypse naturel.
- 5
21. Le procédé selon la revendication 19 ou 20, caractérisé en ce que les étapes (iii) d'entraînement du gypse et (iv) d'échange thermique indirect comprennent le séchage du gypse.
- 10
22. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que les étapes (iii) d'entraînement du gypse et (iv) d'échange thermique indirect comprennent le séchage et au moins partiellement la cuisson (v) du gypse en plâtre.
- 15
23. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 22, caractérisé en ce que la cuisson (v) comprend la mise en contact du gypse avec les gaz chauds, la cuisson étant du type flash.
- 20
24. Le procédé selon la revendication 23, caractérisé en ce que la durée entre la mise en contact du gypse et sa cuisson totale est inférieure à 10 sec.
- 25
25. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 22, caractérisé en ce que la cuisson (v) comprend la mise en contact du gypse avec les gaz chauds, la cuisson étant mise en œuvre dans un lit fluidisé.
- 30
- 35
26. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 25, caractérisé en ce que l'étape de cuisson comprend un transport du gypse depuis la sortie du

26

deuxième conduit par entraînement par des gaz chauds.

27. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 5 26, caractérisé en ce que le temps de séjour du gypse et/ou plâtre dans le deuxième conduit est compris entre 30 secondes et 5 minutes.
28. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 10 22, caractérisé en ce que l'étape d'échange thermique indirect entre le gypse et les gaz chauds comprend l'étape de cuisson.
29. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 15 22, caractérisé en ce que les étapes (iii) d'entraînement du gypse et (iv) d'échange thermique indirect comprennent le séchage et au moins partiellement la cuisson (v) du gypse en plâtre, la cuisson (v) étant complétée par la mise en contact du gypse avec les gaz chauds, la cuisson complétée étant du type flash, la durée des étapes (iii) et (iv) étant comprise entre 30 20 secondes et 5 minutes, la durée de la cuisson par contact avec les gaz chauds étant comprise entre 1 et 10 secondes.
30. Le procédé selon la revendication 29, la durée des étapes (iii) et (iv) étant comprise entre 1 25 et 2 minutes, la durée de la cuisson par contact avec les gaz chauds étant comprise entre 2 et 5 secondes.
31. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 30, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une 35 étape (iiib) de broyage du gypse pendant l'étape d'entraînement (iii).

32. Le procédé selon l'une des revendications 19 à 31, mis en œuvre dans le sécheur/cuiseur selon l'une des revendications 1 à 18.

5 33. Plâtre susceptible d'être obtenu par le procédé de l'une des revendications 19 à 32.

34. Plâtre, dont les caractéristiques sont les suivantes:

10 (i) réactivité:

(a) début de prise Couteau inférieur à 6 minutes, de préférence inférieur à 5 minutes; et/ou

15 (b) prise Gillmore comprise entre 4,5 et 6 min; et/ou

(c) fin de prise Vicat comprise entre 10 et 12 min; et

(ii) taux de gâchage à saturation d'au moins 140 parties de plâtre pour 100 parties d'eau; et

20 (iii) fluidité telle que déterminée par une valeur d'étalement supérieure à 205, de préférence supérieure à 240mm.

35. Plâtre selon la revendication 34, dont les caractéristiques sont les suivantes:

(i) réactivité: début de prise Couteau inférieur à 5 minutes; et

(ii) taux de gâchage à saturation d'au moins 140 parties de plâtre pour 100 parties d'eau; et

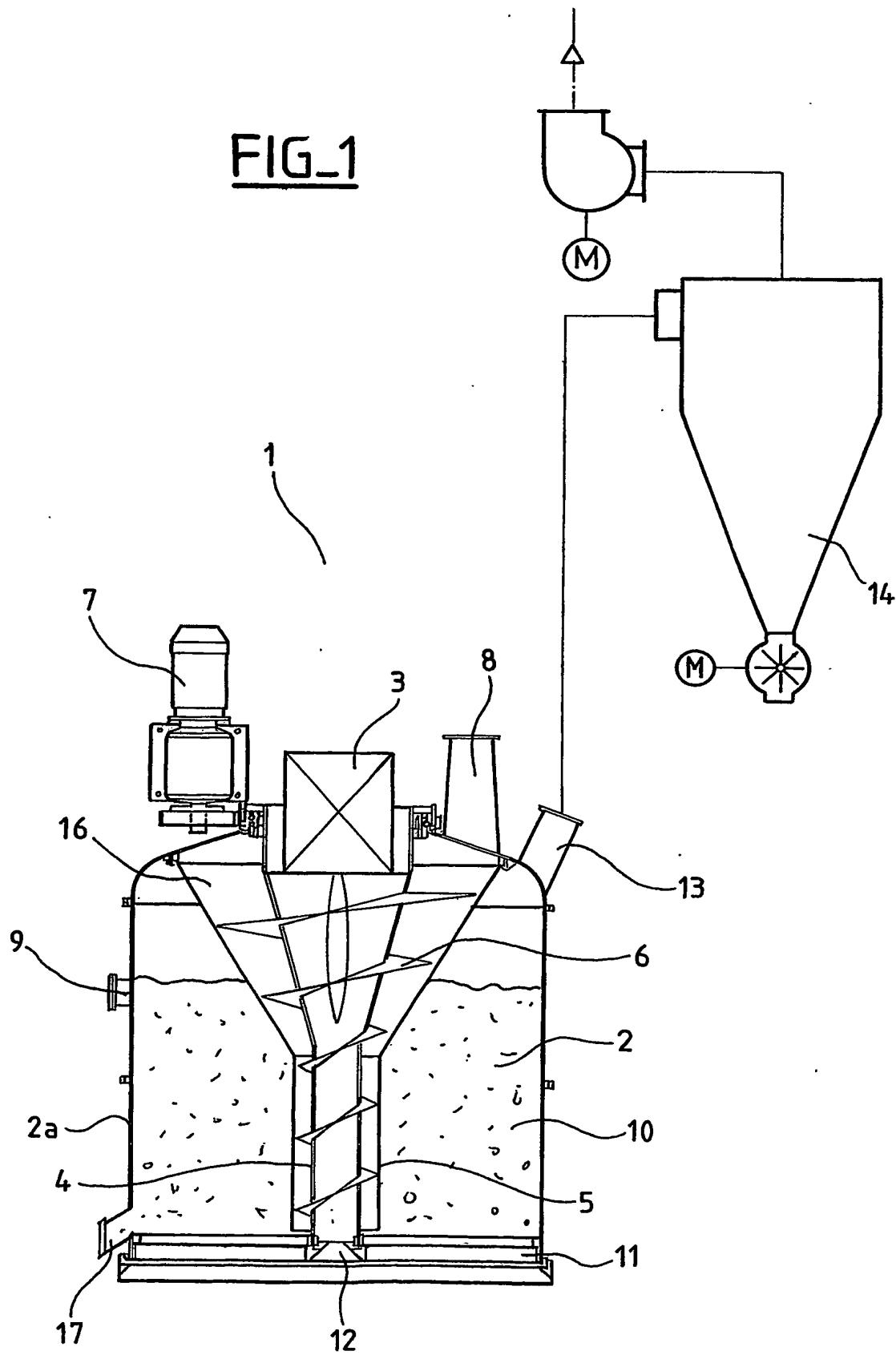
30 (iii) fluidité telle que déterminée par une valeur d'étalement supérieure à 240mm.

36. Plâtre selon la revendication 34 ou 35, dont la surface BET est d'au moins 8 m<sup>2</sup>/g.

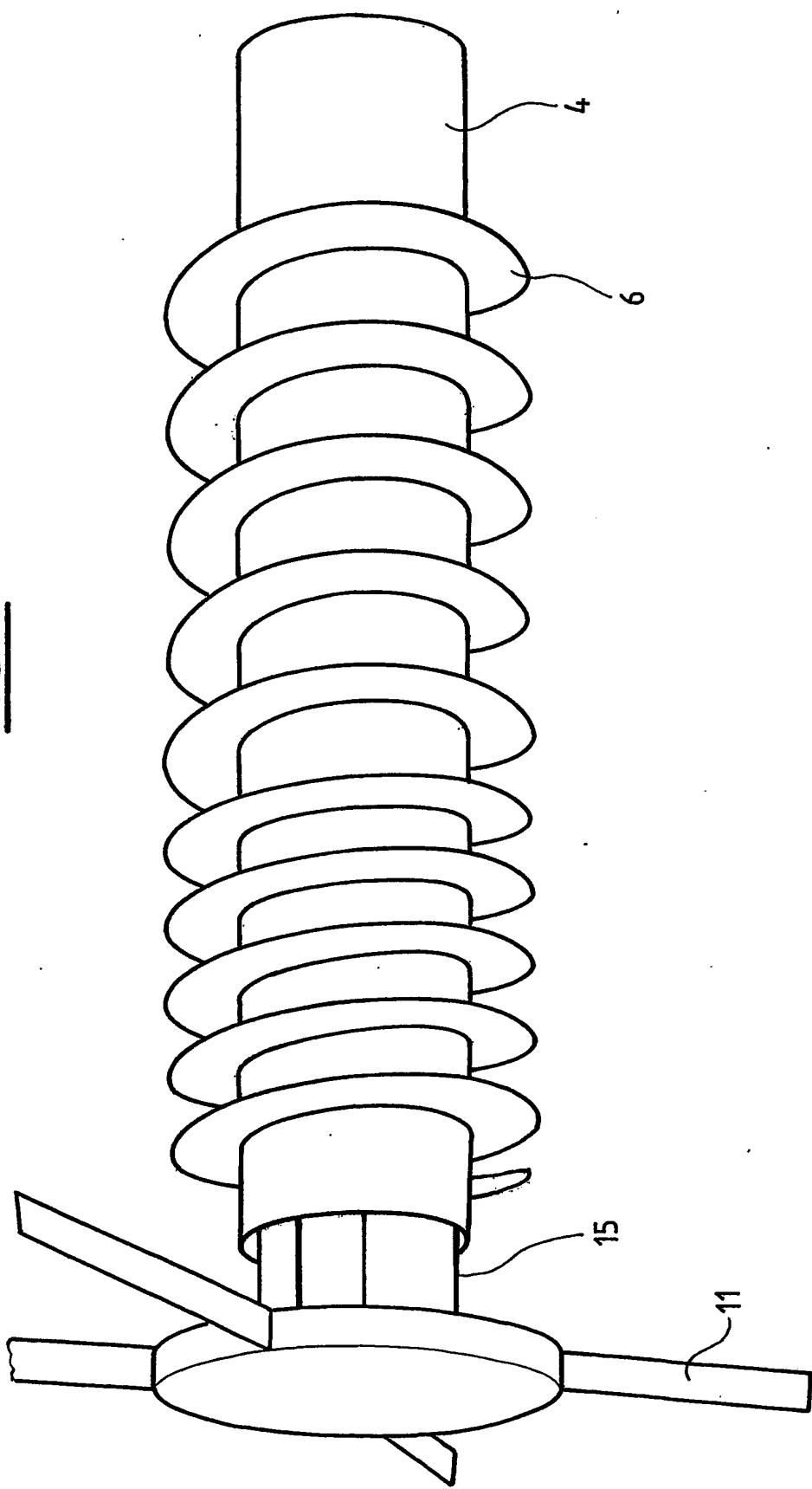
35 37. Plâtre selon l'une des revendications 34 à 36, qui n'éclate pas dans l'eau.

38. Plâtre selon l'une des revendications 34 à 37,  
exempt de gypse et/ou d'adjuvant chloré.

1/2

FIG\_1

2/2

FIG\_2

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/03/00692

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B11/028 F27D3/08 F27B17/00 B01F3/06 B01F15/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C04B B01J F27D F27B B01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 493 826 A (BPB INDUSTRIES PLC) 14 May 1982 (1982-05-14) cited in the application page 6, line 10 -page 7, line 11; figure 3	1,13-15, 19-21
X	---	33
A	US 4 101 630 A (STILING RODNEY A) 18 July 1978 (1978-07-18)	1-5,15, 19,20, 23,25, 28,33
	the whole document ---	
A	US 3 329 417 A (RUBLE THEODORE A) 4 July 1967 (1967-07-04) column 2, line 36 -column 3, line 13; claim 1; figure 1 ---	1 -/-

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

## ° Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority, claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

23 July 2003

Date of mailing of the international search report

30/07/2003

## Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

## Authorized officer

Theodoridou, E

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/03/00692

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 230 793 A (BPB INDUSTRIES PLC) 5 August 1987 (1987-08-05) cited in the application page 2, line 1 – last line	1,17
X	---	33
A	EP 0 083 549 A (MONTERDE A TALLERES) 13 July 1983 (1983-07-13) page 2, line 30 –page 4, line 10 page 6, line 3 –page 8, line 17; figure 1	1-7, 19, 21-23, 25
X	---	33
X	FR 2 311 764 A (RHONE POULENC IND) 17 December 1976 (1976-12-17) examples 1,2; table II	33-35
A	-----	38

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/FR 03/00692

**Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1.  Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
  
2.  Claims Nos.: 34-38 because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:  

**see supplementary sheet, further information PCT/ISA/210**
  
3.  Claims Nos.: because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1.  As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
  
2.  As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
  
3.  As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
  
  
4.  No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

**Remark on Protest**  

The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.

No protest accompanied the payment of additional search fees.

**Continuation of Box I.2****Claims : 34-38 (all in part)****The current claims 34-38 relate to a product defined in terms of the following parameters:****(i) Reactivity**

- (a) initial Couteau setting time
- (b) Gillmore setting time (ASTM C266)
- (c) final Vicat setting time (ASTM C472)

**(ii) Water/gypsum ratio****(iii) Flow characteristics**

In the present context, the use of these parameters is considered to lead to a lack of clarity under PCT Articles 5 and 6. It is impossible to compare the parameters selected by the applicant with the disclosure of the prior art. The resulting lack of clarity is such that a meaningful and complete search is impossible.

Consequently, the search has been carried out for a highly reactive, quick-setting plaster, with low water requirements and excellent flow characteristics.

The applicant is advised that claims or parts of claims relating to inventions in respect of which no international search report has been established cannot be the subject of an international preliminary examination (PCT Rule 66.1(e)). In its capacity as International Preliminary Examining Authority, the EPO generally will not carry out a preliminary examination for subjects that have not been searched. This also applies to cases where the claims were amended after receipt of the international search report or in the course of the procedure under PCT Chapter II.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/03/00692

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
FR 2493826	A	14-05-1982	AR AU BE BR CA DE DK ES FI FR GB GB IT JP LU NL NO NZ PL SE ZA	226757 A1 7735781 A 891065 A1 8107289 A 1167641 A1 3144583 A1 496981 A 8301850 A1 813540 A 2493826 A1 2086874 A ,B 2140702 A 1140282 B 57111240 A 83742 A1 8105079 A 813799 A 198927 A 233756 A1 8106655 A 8107558 A	13-08-1982 20-05-1982 01-03-1982 03-08-1982 22-05-1984 09-09-1982 11-05-1982 01-04-1983 11-05-1982 14-05-1982 19-05-1982 05-12-1984 24-09-1986 10-07-1982 18-02-1982 01-06-1982 11-05-1982 28-02-1985 24-05-1982 11-05-1982 23-02-1983	
US 4101630	A	18-07-1978	US CA	4052149 A 1082423 A1	04-10-1977 29-07-1980	
US 3329417	A	04-07-1967	NONE			
EP 0230793	A	05-08-1987	GB AR AT AU AU BR CA DE DK EG EP FI GR IN JP JP KR LV NO NZ PL SU US ZA	2185419 A 240899 A1 54906 T 587664 B2 6635086 A 8700039 A 1313747 C 3672994 D1 631986 A ,B, 18120 A 0230793 A2 870025 A ,B, 3000828 T3 169196 A1 2571374 B2 62216632 A 9000623 B1 5613 A3 865290 A ,B, 218611 A 263576 A1 1621809 A3 5011668 A 8609658 A	22-07-1987 27-03-1991 15-08-1990 24-08-1989 09-07-1987 01-12-1987 23-02-1993 30-08-1990 08-07-1987 30-08-1992 05-08-1987 08-07-1987 15-11-1991 14-09-1991 16-01-1997 24-09-1987 01-02-1990 10-05-1994 08-07-1987 26-02-1990 21-01-1988 15-01-1991 30-04-1991 26-08-1987	
EP 0083549	A	13-07-1983	ES AT DE EP	8300410 A1 19902 T 3271280 D1 0083549 A1	16-01-1983 15-06-1986 26-06-1986 13-07-1983	
FR 2311764	A	17-12-1976	FR	2311764 A1	17-12-1976	

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/03/00692

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2311764	A	BR 7603245 A	25-01-1977
		DE 2622994 A1	09-12-1976
		GB 1549029 A	01-08-1979
		GB 1549030 A	01-08-1979
		GR 58250 A1	31-08-1977
		IT 1061560 B	30-04-1983
		JP 981289 C	27-12-1979
		JP 52000795 A	06-01-1977
		JP 54013437 B	30-05-1979
		MX 3470 E	09-12-1980
		TR 19196 A	01-06-1978
		US 4247518 A	27-01-1981
		ZA 7603014 A	27-04-1977

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/03/00692

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 C04B11/028 F27D3/08

F27B17/00

B01F3/06

B01F15/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C04B B01J F27D F27B B01F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 493 826 A (BPB INDUSTRIES PLC) 14 mai 1982 (1982-05-14) cité dans la demande page 6, ligne 10 –page 7, ligne 11; figure 3	1, 13-15, 19-21
X	---	33
A	US 4 101 630 A (STILING RODNEY A) 18 juillet 1978 (1978-07-18)	1-5, 15, 19, 20, 23, 25, 28, 33
	le document en entier	
A	US 3 329 417 A (RUBLE THEODORE A) 4 juillet 1967 (1967-07-04) colonne 2, ligne 36 –colonne 3, ligne 13; revendication 1; figure 1	1
	---	-/-

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*&\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

23 juillet 2003

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

30/07/2003

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL – 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Theodoridou, E

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT 03/00692

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 230 793 A (BPB INDUSTRIES PLC) 5 août 1987 (1987-08-05) cité dans la demande page 2, ligne 1 - dernière ligne	1,17
X	-----	33
A	EP 0 083 549 A (MONTERDE A TALLERES) 13 juillet 1983 (1983-07-13) page 2, ligne 30 -page 4, ligne 10 page 6, ligne 3 -page 8, ligne 17; figure 1	1-7, 19, 21-23, 25
X	-----	33
X	FR 2 311 764 A (RHONE POULENC IND) 17 décembre 1976 (1976-12-17) exemples 1,2; tableau II	33-35
A	-----	38

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°  
PCT/FR 03/00692

## Cadre I Observations – lorsqu'il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (suite du point 1 de la première feuille)

Conformément à l'article 17.2)a), certaines revendications n'ont pas fait l'objet d'une recherche pour les motifs suivants:

1.  Les revendications n°s se rapportent à un objet à l'égard duquel l'administration n'est pas tenue de procéder à la recherche, à savoir:
2.  Les revendications n°s 34–38 (toutes en partie) se rapportent à des parties de la demande internationale qui ne remplissent pas suffisamment les conditions prescrites pour qu'une recherche significative puisse être effectuée, en particulier:  
**voir feuille supplémentaire SUITE DES RENSEIGNEMENTS PCT/ISA/210**
3.  Les revendications n°s sont des revendications dépendantes et ne sont pas rédigées conformément aux dispositions de la deuxième et de la troisième phrases de la règle 6.4.a).

## Cadre II Observations – lorsqu'il y a absence d'unité de l'invention (suite du point 2 de la première feuille)

L'administration chargée de la recherche internationale a trouvé plusieurs inventions dans la demande internationale, à savoir:

1.  Comme toutes les taxes additionnelles ont été payées dans les délais par le déposant, le présent rapport de recherche internationale porte sur toutes les revendications pouvant faire l'objet d'une recherche.
2.  Comme toutes les recherches portant sur les revendications qui s'y prêtaient ont pu être effectuées sans effort particulier justifiant une taxe additionnelle, l'administration n'a sollicité le paiement d'aucune taxe de cette nature.
3.  Comme une partie seulement des taxes additionnelles demandées a été payée dans les délais par le déposant, le présent rapport de recherche internationale ne porte que sur les revendications pour lesquelles les taxes ont été payées, à savoir les revendications n°s
4.  Aucune taxe additionnelle demandée n'a été payée dans les délais par le déposant. En conséquence, le présent rapport de recherche internationale ne porte que sur l'invention mentionnée en premier lieu dans les revendications; elle est couverte par les revendications n°s

### Remarque quant à la réserve

- Les taxes additionnelles étaient accompagnées d'une réserve de la part du déposant.  
 Le paiement des taxes additionnelles n'était assorti d'aucune réserve.

SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDIQUES SUR PCT/ISA/ 210

Suite du cadre I.2

Revendications nos.: 34-38 (toutes en partie)

Les revendications 34-38 présentes ont trait à un produit défini au moyen des paramètres suivants:

(i) réactivité

- (a) début de prise Couteau
- (b) prise Gillmore (ASTM C266)
- (c) fin prise Vicat (ASTM C472)

(ii) taux de gâchage

(iii) fluidité

L'utilisation de ces paramètres est considérée , dans le présent contexte, comme menant à un manque de clarté au sens de l'Article 5 et 6 PCT. Il est impossible de comparer les paramètres que le déposant a choisi d'utiliser avec ce qui est révélé dans l'état de la technique. Le manque de clarté qui en découle est tel qu'une recherche significative complète est impossible.

Par conséquent, la recherche a été effectuée pour un plâtre très réactif, avec grande vitesse de prise, avec faible demande en eau et avec fluidité excellente.

L'attention du déposant est attirée sur le fait que les revendications, ou des parties de revendications, ayant trait aux inventions pour lesquelles aucun rapport de recherche n'a été établi ne peuvent faire obligatoirement l'objet d'un rapport préliminaire d'examen (Règle 66.1(e) PCT). Le déposant est averti que la ligne de conduite adoptée par l'OEB agissant en qualité d'administration chargée de l'examen préliminaire international est, normalement, de ne pas procéder à un examen préliminaire sur un sujet n'ayant pas fait l'objet d'une recherche. Cette attitude restera inchangée, indépendamment du fait que les revendications aient ou n'aient pas été modifiées, soit après la réception du rapport de recherche, soit pendant une quelconque procédure sous le Chapitre II.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/03/00692

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2493826	A	14-05-1982	AR AU BE BR CA DE DK ES FI FR GB GB IT JP LU NL NO NZ PL SE ZA	226757 A1 7735781 A 891065 A1 8107289 A 1167641 A1 3144583 A1 496981 A 8301850 A1 813540 A 2493826 A1 2086874 A ,B 2140702 A 1140282 B 57111240 A 83742 A1 8105079 A 813799 A 198927 A 233756 A1 8106655 A 8107558 A	13-08-1982 20-05-1982 01-03-1982 03-08-1982 22-05-1984 09-09-1982 11-05-1982 01-04-1983 11-05-1982 14-05-1982 19-05-1982 05-12-1984 24-09-1986 10-07-1982 18-02-1982 01-06-1982 11-05-1982 28-02-1985 24-05-1982 11-05-1982 23-02-1983
US 4101630	A	18-07-1978	US CA	4052149 A 1082423 A1	04-10-1977 29-07-1980
US 3329417	A	04-07-1967	AUCUN		
EP 0230793	A	05-08-1987	GB AR AT AU AU BR CA DE DK EG EP FI GR IN JP JP KR LV NO NZ PL SU US ZA	2185419 A 240899 A1 54906 T 587664 B2 6635086 A 8700039 A 1313747 C 3672994 D1 631986 A ,B, 18120 A 0230793 A2 870025 A ,B, 3000828 T3 169196 A1 2571374 B2 62216632 A 9000623 B1 5613 A3 865290 A ,B, 218611 A 263576 A1 1621809 A3 5011668 A 8609658 A	22-07-1987 27-03-1991 15-08-1990 24-08-1989 09-07-1987 01-12-1987 23-02-1993 30-08-1990 08-07-1987 30-08-1992 05-08-1987 08-07-1987 15-11-1991 14-09-1991 16-01-1997 24-09-1987 01-02-1990 10-05-1994 08-07-1987 26-02-1990 21-01-1988 15-01-1991 30-04-1991 26-08-1987
EP 0083549	A	13-07-1983	ES AT DE EP	8300410 A1 19902 T 3271280 D1 0083549 A1	16-01-1983 15-06-1986 26-06-1986 13-07-1983
FR 2311764	A	17-12-1976	FR	2311764 A1	17-12-1976

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/03/00692

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2311764	A	BR 7603245 A	25-01-1977
		DE 2622994 A1	09-12-1976
		GB 1549029 A	01-08-1979
		GB 1549030 A	01-08-1979
		GR 58250 A1	31-08-1977
		IT 1061560 B	30-04-1983
		JP 981289 C	27-12-1979
		JP 52000795 A	06-01-1977
		JP 54013437 B	30-05-1979
		MX 3470 E	09-12-1980
		TR 19196 A	01-06-1978
		US 4247518 A	27-01-1981
		ZA 7603014 A	27-04-1977